

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-031779

(43)Date of publication of application : 02.02.1996

(51)Int.Cl.

H01L 21/304  
B24B 37/00  
C09K 13/02  
C09K 13/04  
C23F 1/14

(21)Application number : 06-161541

(71)Applicant : JAPAN ENERGY CORP

(22)Date of filing : 13.07.1994

(72)Inventor : SUZUKI KENJI  
FUKUI TORU

## (54) POLISHING METHOD FOR COMPOUND SEMICONDUCTOR SUBSTRATE

(57)Abstract:

PURPOSE: To make it possible to obtain a substrate having a mirror surface with good surface roughness without haze by preventing the residue of an oxide film on the surface of substrate when polishing mirror surface.

CONSTITUTION: In polishing and finishing the surface of a compound semiconductor substrate such as plate-shaped GaAs to mirror surface by supplying a polishing solution and rubbing the surface with polishing cloth, the polishing solution is made of an aqueous solution containing sodium hydroxide and a chloratebased salt selected from hypochlorite, chlorite, chlorate and perchlorate such as NaClO as the main components, and its pH is higher than 10 but lower than 11.5. Therefore, the polishing solution itself possesses a dissolving action for oxide film, and the substrate surface can be processed to a mirror surface having good surface roughness without haze, so that a device having good characteristics can be obtained by using said substrate and also an improve yield can be expected.

Partial Translation of JPS-31779A

[0011]

[Operation] According to the above mentioned means, when polishing and finishing the surface of a compound semiconductor substrate, the polishing solution is made of an aqueous solution containing sodium hydroxide and a chlorate based salt selected from hypochlorite, chlorite, chlorate and perchlorate as the main components, and its pH is adjusted to be in the range of not less than 10 to less than 11.5. Thus, the polishing solution itself possesses a dissolving action for oxide film, thereby the generation of the oxide film at the substrate surface can be prevented, and the oxide film can be completely removed from the substrate surface. Therefore, the substrate surface can be processed to a mirror surface having good surface roughness without haze, so that a device having good characteristics can be obtained by using said substrate and also an improved yield can be expected.

[0018]

[Effect of the Present Invention] By the polishing method of the compound semiconductor substrate according to the present invention, when a compound semiconductor substrate such as a plate-shaped GaAs is polished by supplying a polishing solution and rubbing the surface with a polishing cloth, thereby the surface of the substrate is finished into a mirror surface, the polishing solution is made of an

aqueous solution containing sodium hydroxide and a chlorate based salt selected from hypochlorite, chlorite, chlorate and perchlorate such as sodium hypochlorite as the main components, and its pH is adjusted to be in the range of not less than 10 to less than 11.5. Thus, the polishing solution itself possesses a dissolving action for oxide film, thereby the generation of the oxide film at the substrate surface can be prevented, and the oxide film can be completely removed from the substrate surface. Therefore, the substrate surface can be processed to a mirror surface having good surface roughness without haze, so that a device having good characteristics can be obtained by using said substrate and also an improved yield can be expected.

Partial Translation of JP2002-25954A

[0028] First, a roughly polished semiconductor crystal wafer, a polishing solution, and an examination method of haze level applied to the embodiments and the comparative examples are explained.

[0029] a. Roughly polished semiconductor crystal wafer subjected to mechanochemical polishing

As the roughly polished semiconductor crystal wafer, a roughly polished GaAs wafer made by roughly polishing a

sliced GaAs wafer by an alumina abrasive grain of #1500 is applied.

[0030] b. Polishing solution applied to the mechanochemical polishing

The polishing solutions applied to the mechanochemical polishing are the following 3 types of polishing solutions.

[0031] 1. hypochlorous acid -  $\text{CH}_3\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})\text{H}$  - alkali aqueous system polishing solution (surface acting agent of which is described as I in the table)

In this system of polishing solution, experiments are performed under the conditions of whether  $\text{CH}_3\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})\text{H}$  is applied or not, the types of alkali water solution being different from one another, and the alkali water solution is applied or not.

[0032] 2. hypochlorous acid -  $\text{CH}_3\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_2$  - alkali aqueous system polishing solution (surface acting agent of which is described as II in the table)

In this system of polishing solution, experiments are performed under the conditions of whether  $\text{CH}_3\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_2$  is applied or not, the types of alkali water solution being different from one another, and the alkali water solution is applied or not.

[0033] 3. Br - methanol -  $\text{CH}_3\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})\text{H}$  -  $\text{CH}_3\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})\text{H}$  - alkali aqueous system polishing solution (surface acting agent of which is described as I in the

table)

In this system of polishing solution, experiments are performed under the conditions of whether  $\text{CH}_3\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})\text{H}$  is applied or not, the types of alkali water solution being different from one another, and the alkali water solution is applied or not.

[0034] c. Examination method of haze level and cloudiness

The haze level is measured by using Surfscan 6200 haze level mirror surface examination apparatus made by Tencor Corporation. The haze level is described by (ppm).

[0037] [TABLE 1]

SECTION	POLISHING SOLUTION	SURFACE ACTING AGENT	ALKALI	LEV EL	HAZE STATUS
COMPARATIVE EXAMPLE 1	HYPOCHLOROUS ACID	NOT APPLIED	NOT APPLIED	3.0	CLOUDED
COMPARATIVE EXAMPLE 2	HYPOCHLOROUS ACID	I APPLIED	NOT APPLIED	0.5	SCRATCH
COMPARATIVE EXAMPLE 3	HYPOCHLOROUS ACID	NOT APPLIED	NaOH	3.0	CLOUDED
COMPARATIVE EXAMPLE 4	HYPOCHLOROUS ACID	II APPLIED	NOT APPLIED	0.5	SCRATCH
COMPARATIVE EXAMPLE 5	Br SYSTEM	NOT APPLIED	NOT APPLIED	3.0	CLOUDED

COMPARATIVE EXAMPLE 6	Br SYSTEM	I APPLIED	NOT APPLIED	0.5	SCRATCH
COMPARATIVE EXAMPLE 7	Br SYSTEM	NOT APPLIED	NaOH	3.0	FAVORABLE
EMBODIMENT 1	HYPOCHLOROUS ACID	I APPLIED	NaOH	0.1	FAVORABLE
EMBODIMENT 2	HYPOCHLOROUS ACID	I APPLIED	NaHCO <sub>3</sub>	0.1	FAVORABLE
EMBODIMENT 3	HYPOCHLOROUS ACID	I APPLIED	KOH	0.1	FAVORABLE
EMBODIMENT 4	HYPOCHLOROUS ACID	I APPLIED	KHCO <sub>3</sub>	0.1	FAVORABLE
EMBODIMENT 5	HYPOCHLOROUS ACID	I APPLIED	NaOH	0.1	FAVORABLE
EMBODIMENT 6	HYPOCHLOROUS ACID	I APPLIED	NaHCO <sub>3</sub>	0.1	FAVORABLE
EMBODIMENT 7	HYPOCHLOROUS ACID	I APPLIED	KOH	0.1	FAVORABLE
EMBODIMENT 8	HYPOCHLOROUS ACID	I APPLIED	KHCO <sub>3</sub>	0.1	FAVORABLE
EMBODIMENT 9	Br SYSTEM	I APPLIED	NaOH	0.1	FAVORABLE
EMBODIMENT 10	Br SYSTEM	I APPLIED	NaHCO <sub>3</sub>	0.1	FAVORABLE
EMBODIMENT 11	Br SYSTEM	I APPLIED	KOH	0.1	FAVORABLE
EMBODIMENT 12	Br SYSTEM	I APPLIED	KHCO <sub>3</sub>	0.1	FAVORABLE

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-31779

(43) 公開日 平成8年(1996)2月2日

(51) Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 1 L 21/304	3 2 1 P			
B 2 4 B 37/00	H			
C 0 9 K 13/02				
13/04				
C 2 3 F 1/14		9352-4K		

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 3 頁)

(21) 出願番号 特願平6-161541

(22) 出願日 平成6年(1994)7月13日

(71) 出願人 000231109

株式会社ジャパンエナジー  
東京都港区虎ノ門二丁目10番1号

(72) 発明者 鈴木 健二

埼玉県戸田市新曽南3丁目17番35号 株式  
会社ジャパンエナジー内

(72) 発明者 福井 徹

埼玉県戸田市新曽南3丁目17番35号 株式  
会社ジャパンエナジー内

(74) 代理人 弁理士 荒船 博司

(54) 【発明の名称】 化合物半導体基板の研磨方法

(57) 【要約】

【目的】 鏡面研磨の際に基板表面上に酸化物被膜が残留するのを防ぐことによってヘイズがなく且つ表面粗さの良好な鏡面を有する基板を得ることができる化合物半導体基板の研磨方法を提供する。

【構成】 平板状のGaAs等の化合物半導体基板を、研磨液を供給しながら研磨布と擦り合わせて研磨することにより該基板の表面を鏡面に仕上げるにあたって、前記研磨液を、NaClO等の次亜塩素酸塩、亜塩素酸塩、塩素酸塩及び過塩素酸塩から選ばれた塩素酸系の塩と水酸化ナトリウムとを主成分とする水溶液とし、且つpHを10以上11.5未満であるとする。

【効果】 研磨液自体が酸化物皮膜の溶解作用を有することとなり、基板表面を表面粗さが良好で且つヘイズのない鏡面に加工することができるので、その基板を用いることにより特性の良好なデバイスが得られ、歩留りの向上が期待される。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 平板状の化合物半導体基板を、研磨液を供給しながら研磨布と擦り合わせて研磨することにより該基板の表面を鏡面に仕上げるにあたって、前記研磨液は、次亜塩素酸塩、亜塩素酸塩、塩素酸塩及び過塩素酸塩から選ばれた塩素酸系の塩と水酸化ナトリウムとを主成分とする水溶液であり、且つpHが1.0以上11.5未満であることを特徴とする化合物半導体基板の研磨方法。

【請求項2】 前記次亜塩素酸塩は次亜塩素酸ナトリウムであることを特徴とする請求項1記載の化合物半導体基板の研磨方法。

【請求項3】 前記化合物半導体はヒ化ガリウムであることを特徴とする請求項1または2記載の化合物半導体基板の研磨方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、化合物半導体基板の研磨方法に関し、特にヒ化ガリウム(GaAs)基板(ウェハ)の鏡面研磨加工に適用して有用な技術に関する。

## 【0002】

【従来の技術】発光素子、高速演算素子等の基板材料として注目されている化合物半導体、特にGaAsよりなる基板において、研磨布との擦り合わせにより基板表面を鏡面に仕上げる際には、従来より、塩素系の酸化剤を含むpHが約9程度(弱アルカリ性)の研磨液が広く用いられているが、その研磨液自体には研磨中に基板表面に生成する酸化物被膜の溶解作用が殆どないため、その酸化物被膜により基板表面にヘイズが残ったり表面粗さが劣化したりして、その基板を用いて作成したデバイスの特性劣化を招く虞があるという欠点があった。

【0003】そこで、上記欠点を解消すべく、GaAs基板の研磨液について幾つかの提案がなされている。例えば、特公昭55-28417号公報には、NaClO(次亜塩素酸ナトリウム)水溶液とNa<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>(炭酸ナトリウム)水溶液とを混合した研磨液について開示されている。また、この公報においては、NaClO水溶液にNaOH(水酸化ナトリウム)を混入した溶液は、GaAsの特徴のない表面を形成するのに適さないことが指摘されている。

【0004】それに反して、H.Hartnagelらは、Journal of Materials Science 8(1973年、1061~1063頁)において、0.1N(規定度)のNaOH水溶液中に1NのNaClOを含有させた標準液を40倍に希釈した研磨液(本発明者らが同じ組成の溶液を調製して実測したところ、そのpHは11.5であった。)を用いたところ基板表面は鏡面のようであったと報告している。

【0005】また、埼玉大学の河西らは、昭和60年度精機学会春季大会学術講演会論文集(287~288

頁)において、NaClO水溶液にKOH(水酸化カリウム)を混入した研磨液について紹介している。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、本発明者らが追試を行なったところ、上記特公昭55-28417号公報に記載の研磨液については、基板表面に不動態膜のようなものが生成してしまつて研磨加工が進行せず、一方、上記河西らの報告した研磨液については、基板表面に細かいピット(穴)が多数発生してしまつて鏡面が得られなかった。また、上記H.Hartnagelらの提案した研磨液では、pHが高くなるに従い基板を溶解する作用が強くなるため、pHが11.5以上では基板に結晶欠陥や傷等がある場合に、その部分が選択的に溶解され、研磨後にピットが発生し易い、或は傷が残る易いという不都合があった。

【0007】本発明は、上記事情に鑑みてなされたもので、鏡面研磨の際に基板表面上に酸化物被膜が残留するのを防ぐことによってヘイズがなく且つ表面粗さの良好な鏡面を有する基板を得ることができる化合物半導体基板の研磨方法を提供することを目的とする。

## 【0008】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するために、本発明者らは、研磨液自体に基板表面の酸化物皮膜を溶解する作用を持たせることにより、酸化物皮膜の生成を防止することができる、或は酸化物皮膜を完全に除去することができると考え、例えばGaAs基板の鏡面研磨において一般的に用いられている塩素系の酸化剤を主成分とする研磨液について検討した結果、NaOHを添加して研磨液のpHを1.0以上11.5未満に調整すると研磨後の基板表面に酸化物皮膜が見られなくなるということを見出した。

【0009】本発明は上記知見に基づきなされたもので、請求項1記載の発明は、平板状の化合物半導体基板を、研磨液を供給しながら研磨布と擦り合わせて研磨することにより該基板の表面を鏡面に仕上げるにあたって、前記研磨液は、次亜塩素酸塩、亜塩素酸塩、塩素酸塩及び過塩素酸塩から選ばれた塩素酸系の塩と水酸化ナトリウムとを主成分とする水溶液であり、且つpHが1.0以上11.5未満であることを特徴とする。この発明において、例えば、請求項2記載の発明のように、前記次亜塩素酸塩は次亜塩素酸ナトリウムであり、また、請求項3記載の発明のように、前記化合物半導体はヒ化ガリウムである。

【0010】ここで、研磨液のpHの適正範囲は、本発明者らの実験に基づいて決められているが、pHが上記下限値に達しないと研磨後においてもGaAs基板の表面にはヘイズや表面粗さの劣化原因となる黒色の酸化物皮膜が残ってしまい、一方、上記上限値以上であるとpHが高くなるに従い基板を溶解する作用が強くなるため、pHが11.5以上では基板に結晶欠陥や傷等があ

る場合に、その部分が選択的に溶解され、研磨後にピットが発生し易い、或は傷が残る易いという理由で好ましくないからである。

【0011】

【作用】上記した手段によれば、化合物半導体基板の鏡面研磨加工時に、研磨液として次亜塩素酸塩、亜塩素酸塩、塩素酸塩及び過塩素酸塩から選ばれた塩素酸系の塩と水酸化ナトリウムとを主成分とし、且つpHが10以上11.5未満の水溶液を用いるため、研磨液自体の有する酸化物皮膜の溶解作用により、基板表面での酸化物皮膜の生成防止、或は基板表面からの酸化物皮膜の完全な除去が可能となり、基板表面を表面粗さが良好で且つヘイズのない鏡面に加工することができる。そして、その基板を用いて特性の良好なデバイスを作成することができ、歩留りの向上が期待される。

【0012】

【実施例】以下に、実施例及び比較例を挙げて本発明の特徴とするところを明らかにするが、本発明が以下の実施例によって何等制限されるものでないのはいうまでもない。なお、各実施例及び各比較例においては、鏡面研磨装置として、研磨布に基板の片面を圧接させ、研磨液を供給しながら研磨布と基板表面との間に相対運動を与えることにより該片面を鏡面に加工する従来より一般的な片面研磨機を用いた。また、各例では、円盤状のGaAs基板を用い、基板を押さえつける加工圧力を100g/cm<sup>2</sup>とし、研磨液の供給量を毎分0.5リットルとしたが、これらは、基板の大きさや加工枚数、及び加工に要する時間などにより適宜選択される。

【0013】（実施例1及び実施例2）実施例1では、NaClO及びNaOHの濃度が、それぞれ0.1N（有効塩素量：3.5g/l）及び0.025N（1g/l）であり、pH10.0の研磨液を用いた。実施例2では、NaClO及びNaOHの濃度が、それぞれ0.1N及び0.05N（2g/l）であり、pH11.4の研磨液を用いた。実施例1及び実施例2では、ともに鏡面の研磨面が得られた。それら実施例1、2の各鏡面について、テンコール社のサーフスキャン4500によりヘイズの測定を行ない、またAFM（原子間力顕微鏡）により表面粗さを測定したところ、何れも良好であった。

【0014】（比較例1及び比較例2）比較例1では、NaClOの濃度が0.1Nであり、pH8.9の研磨液を用いたが、この研磨液にはNaOHを添加しなかった。比較例1では、研磨布との接触により生じたと推測

される条痕が研磨面に残っているのが目視によっても確認された。また、上記各実施例と同様にヘイズ及び表面粗さの測定を行なったところ、上記実施例1、2よりも格段に劣っていた。比較例2では、NaClO及びNaOHの濃度が、それぞれ0.1N及び0.5N（20g/l）であり、pH13.0の研磨液を用いたが、研磨面に多数のピットが発生してしまい、鏡面が得られなかった。

【0015】以上の実施例1、2及び比較例1、2から、NaClOにNaOHを添加してpHが10以上11.5未満となるように調整した研磨液を用いることによって、表面粗さが良好で且つヘイズのない鏡面が得られることが確認された。そして、その鏡面においてデバイスを作成することによって、特性の良好なデバイスが得られ、歩留りが向上することが期待される。

【0016】なお、上記実施例においては、塩素酸系の塩としてNaClOを用いたが、NaOHの添加によりpHが10以上11.5未満において研磨液自体が酸化物皮膜の溶解作用を有するものであれば、Ca(ClO)<sub>2</sub>（次亜塩素酸カルシウム）等の次亜塩素酸塩や、NaClO<sub>2</sub>（塩素酸ナトリウム）等の塩素酸塩や、NaClO<sub>3</sub>（過塩素酸ナトリウム）等の過塩素酸塩や、亜塩素酸塩などでもよい。

【0017】また、上記実施例では、GaAs基板の鏡面研磨加工について説明したが、本発明は、InPなど、GaAs以外の化合物半導体基板の鏡面研磨加工にも有効である。

【0018】

【発明の効果】本発明に係る化合物半導体基板の研磨方法によれば、平板状のヒ化ガリウム等の化合物半導体基板を、研磨液を供給しながら研磨布と擦り合わせて研磨することにより該基板の表面を鏡面に仕上げるにあたって、前記研磨液を、次亜塩素酸ナトリウム等の次亜塩素酸塩、亜塩素酸塩、塩素酸塩及び過塩素酸塩から選ばれた塩素酸系の塩と水酸化ナトリウムとを主成分とする水溶液であり、且つpHを10以上11.5未満に調整したため、研磨液自体が酸化物皮膜の溶解作用を有し、それによって基板表面での酸化物皮膜の生成防止、或は基板表面からの酸化物皮膜の完全な除去が可能となり、基板表面を表面粗さが良好で且つヘイズのない鏡面に加工することができる。そして、その基板を用いて特性の良好なデバイスを作成することができ、歩留りの向上が期待される。